

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ(12) **ЗАЯВКА НА ИЗОБРЕТЕНИЕ**

(21)(22) Заявка: 2012147024/04, 07.04.2011

Приоритет(ы):

(30) Конвенционный приоритет:  
07.04.2010 US 61/321,582

(43) Дата публикации заявки: 20.05.2014 Бюл. № 14

(85) Дата начала рассмотрения заявки РСТ на  
национальной фазе: 07.11.2012(86) Заявка РСТ:  
CA 2011/000388 (07.04.2011)(87) Публикация заявки РСТ:  
WO 2011/123948 (13.10.2011)

Адрес для переписки:

119019, Москва, Гоголевский бульвар, 11, этаж  
3, "Гоулингз Интернэшнл Инк.", Соболеву А.Ю.

(71) Заявитель(и):

ЕЕ ВЕЛИЧЕСТВО КОРОЛЕВА КАНАДЫ  
ПО ПРАВУ, В ЛИЦЕ МИНИСТЕРСТВА  
ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ (СА),  
МАЙЛСТОУН Крейг Бреннан (СА),  
МакЛАТЧИ, Дебора Л (СА)

(72) Автор(ы):

МАЙЛСТОУН Крейг Бреннан (СА),  
МакЛАТЧИ Дебора Л. (СА),  
ХЬЮИТТ Л Марк (СА)(54) **СПОСОБ ОЧИСТКИ ХИМИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ СТОЧНЫХ ВОД ЦЕЛЛЮЛОЗНО-БУМАЖНЫХ КОМБИНАТОВ**

## (57) Формула изобретения

1. Способ обогащения или выделения целевого соединения из сточных вод целлюлозно-бумажного комбината, при этом способ предусматривает следующие стадии:

- получение конденсата из выпарного аппарата или ретентата процесса обратного осмоса (RO) конденсатов на целлюлозно-бумажном комбинате, или обоих, при этом конденсат, ретентат или оба из них по существу не содержат высокомолекулярную целлюлозу и/или лигнин, и/или происходящие из лигнина материалы,
- экстрагирование конденсата органическим растворителем методом твердофазной экстракции (SPE), экстракции в системе жидкость-жидкость или твердое тело-жидкость с получением экстракта, содержащего указанные целевые соединения, и
- необязательно очистка целевого соединения из экстракта путем термического фракционирования, хроматографического разделения (такого как нормально-фазовое, обращенно-фазовое, афинное или их комбинации), рекристаллизации, ионного обмена, хелатирования, адсорбции/десорбции, лиофилизации и сублимации или их комбинаций.

2. Способ по п.1, дополнительно предусматривающий фильтрацию или центрифугирование конденсата или RO-ретентата для сбора нерастворимого в воде материала и экстрагирования нерастворимого материала указанным органическим растворителем.

3. Способ по п.1, где pH конденсата или RO-ретентата регулируют для повышения

осаждения указанного, по меньшей мере, одного целевого соединения.

4. Способ по п.1, где целевое соединение выбрано из группы, состоящей из маноола, гераниллиналоола, этилгваякола, эвгенола, вератральдегида, сквалена, терпина, холестерина, бета-ситостерола, кампестерола, стигмастерола, стигмастенола, дегидроабиетиновой кислоты и их комбинаций.

5. Способ по любому из пп.1-4, где конденсат получают из выпарного аппарат 1-й, 2-й, 3-й, 4-й, 5-й или более высокой ступени выпарного аппарата.

6. Способ по любому из пп.1-4, где конденсат получают из 5-й ступени выпарного аппарата.

7. Способ по любому из пп.1-4, где конденсат является обезвоженным концентрированным конденсатом 5-й ступени.

8. Способ по любому из пп.1-4, где целлюлозно-бумажный комбинат оснащен системой обратного осмоса.

9. Способ по п.8, где ретентат процесса обратного осмоса получают на системе обратного осмоса и экстрагируют.

10. Способ по любому из пп.1-4, где pH конденсата или RO-ретентата доводят до значения меньше, чем примерно pH 13.

11. Способ по п.10, где pH конденсата или RO-ретентата доводят до значения меньше, чем примерно pH 4.5.

12. Способ по п.11, где pH конденсата или RO-ретентата доводят до значения меньше, чем примерно pH 2.0.

13. Способ по любому из пп.1-4, где целлюлозно-бумажным комбинатом является комбинат по переработке древесины мягких пород.

14. Способ по любому из пп.1-4, где целлюлозно-бумажный комбинат перерабатывает древесину мягких пород, включая разновидности сосны, пихты и ели или их комбинацию, или древесину твердых пород, включая клен, березу, осину и эвкалипт.

15. Способ по любому из пп.1-4, где органический растворитель выбирают из группы, состоящей из дихлорметана (DCM), этилацетата, гексана, толуола, метил-трет-бутилового эфира (MTBE), этанола, метанола, изопропанола и их комбинаций.

16. Способ по любому из пп.1-4, где органический растворитель содержит этилацетат.

17. Способ по любому из пп.1-4, где конденсат или RO-ретентат фильтруют или центрифугируют и экстрагируют методом твердофазной экстракции (SPE) или экстракции в системе твердое тело-жидкость.

18. Способ по п.17, где конденсат или RO-ретентат фильтруют через фильтровальную бумагу или фильтр из стеклянных волокон, имеющий размер пор 0.22-8 мкм.

19. Способ по п.17, где фильтрованный конденсат или RO-ретентат экстрагируют с использованием SPE и элюируют одним или более растворителей, выбранных из дихлорметана (DCM), метанола, этилацетата, толуола и гексана.

20. Способ по п.17, где фильтрованный конденсат или RO-ретентат экстрагируют с использованием SPE и элюируют этилацетатом.

21. Способ по п.17, где фильтрованный конденсат или RO-ретентат экстрагируют с использованием SPE и элюируют DCM, этилацетатом, толуолом или гексаном с последующим экстрагированием метанолом.

22. Способ по п.17, где фильтрованный конденсат или RO-ретентат экстрагируют с использованием SPE и элюируют сначала DCM с последующим экстрагированием метанолом.

23. Способ по п.17, где нерастворимый материал экстрагируют методом экстракции в системе твердое тело-жидкость.

24. Способ по п.23, где нерастворимый материал экстрагируют этилацетатом.

25. Способ по п.23, где нерастворимый материал экстрагируют сначала DCM,

этилацетатом, толуолом или гексаном с последующим экстрагированием метанолом.

26. Способ по п.23, где нерастворимый материал экстрагируют сначала DCM с последующим экстрагированием метанолом.

27. Способ по п.17, где твердую фазу выбирают из связанных фаз на основе двуокиси кремния, фаз на полимерной основе, смешанных фаз и ионнообменных фаз.

28. Способ по п.17, где твердая фаза представляет собой обращенно-фазовую макропористую смолу на основе сверхсшитого сополимера.

29. Способ по п.17, где твердой фазой является Oasis HLB.

30. Способ по любому из пп.1-4, где конденсат или RO-ретентат экстрагируют в системе жидкость-жидкость.

31. Способ по п.30, где конденсат или RO-ретентат, подлежащий экстрагированию в системе жидкость-жидкость, не фильтруют и pH доводят до 2.

32. Способ по п.31, где нефильтрованный конденсат или RO-ретентат экстрагируют в системе жидкость-жидкость с использованием этилацетата.

33. Способ по п.31, где нефильтрованный конденсат или RO-ретентат экстрагируют в системе жидкость-жидкость с использованием одного или более растворителей, выбранных из дихлорметана (DCM), метил-трет-бутилового эфира (MTBE), этилацетата, толуола и гексана.

34. Способ по п.31, где нефильтрованный конденсат или RO-ретентат экстрагируют в системе жидкость-жидкость с использованием сначала DCM, этилацетата, толуола или гексана с последующим экстрагированием этилацетатом.

35. Способ по п.31, где нефильтрованный конденсат или RO-ретентат экстрагируют в системе жидкость-жидкость с использованием сначала гексана с последующим экстрагированием этилацетатом.

36. Способ по любому из пп.1-4, где экстракт дополнительно очищают для выделения, по меньшей мере, одного целевого соединения путем термического фракционирования.

37. Способ по любому из пп.1-4, в котором экстракт сушат для удаления остаточной воды, выпаривают для удаления растворителя и дополнительно очищают для выделения, по меньшей мере, одного целевого соединения с помощью нормально-фазовой хроматографии.

38. Способ по любому из пп.1-4, в котором экстракт выпаривают для удаления растворителя и дополнительно очищают для выделения, по меньшей мере, одного целевого соединения с помощью обращенно-фазовой хроматографии.

39. Органический экстракт, содержащий целевое соединение, обогащенный или выделенный из сточных вод целлюлозно-бумажного комбината, при этом указанный органический экстракт получен способом, который предусматривает следующие стадии:

- получение конденсата из выпарного аппарата или ретентата процесса обратного осмоса (RO) конденсатов целлюлозно-бумажного комбината, или обоих, при этом конденсат, ретентат или оба по существу не содержат высокомолекулярную целлюлозу и/или лигнин, и/или происходящие от лигнина материалы, и

- экстрагирование конденсата, ретентата или обоих методом твердофазной экстракции (SPE) и элюирование органическим растворителем, или экстрагирование в системе жидкость-жидкость с получением указанных экстрактов, содержащих указанное, по меньшей мере, одно целевое соединение.

40. Органический экстракт по п.39, где способ дополнительно предусматривает фильтрацию или центрифугирование конденсата или RO-ретентата для сбора нерастворимого в воде материала и экстрагирование нерастворимого материала указанным органическим растворителем.

41. Органический экстракт по п.39, в котором регулируют pH конденсата или RO-ретентата для увеличения осаждения указанного, по меньшей мере, одного целевого

соединения.

42. Органический экстракт по любому п.39-41, в котором целевое соединение выбрано из группы, состоящей из маноола, гераниллиналоола, этилгваякола, эвгенола, вератральдегида, сквалена, терпина, холестерина, бета-ситостерола, кампестерола, стигмастерола, стигмастенола, дегидроабиетиновой кислоты и их комбинаций.

43. Органический экстракт по любому из пп.39-41, который дополнительно обрабатывают с использованием стадии очистки, по меньшей мере, одного целевого соединения из экстракта путем термического фракционирования, хроматографического разделения, рекристаллизации, ионного обмена, хелатирования, адсорбции/десорбции, лиофилизации и сублимации или их комбинаций.

44. Органический экстракт по любому из пп.39-41, где pH конденсата, RO-ретентата или обоих доводят до значения меньше, чем примерно pH 13.

45. Органический экстракт по любому из пп.39-41, где pH конденсата, RO-ретентата или обоих доводят до значения меньше, чем примерно pH 4.5.

46. Органический экстракт по любому из пп.39-41, где pH конденсата, RO-ретентата или обоих доводят до значения меньше, чем примерно pH 2.0.

47. Органический экстракт по любому из пп.39-41, где целлюлозно-бумажным комбинатом является комбинат по переработке древесины мягких пород.

48. Органический экстракт по любому из пп.39-41, где целлюлозно-бумажный комбинат обрабатывает древесину мягких пород, включая разновидности сосны, ели или пихты, или их комбинацию, или древесину твердых пород, включая клен, осину, березу и эвкалипт.

49. Органический экстракт любому из пп.39-41, где органический растворитель выбран из группы, состоящей из дихлорметана (DCM), этилацетата, гексана, толуола, метил-трет-бутилового эфира (MTBE), этанола, метанола, изопропанола и их комбинаций.

50. Органический экстракт по любому пп.39-41, где органический растворитель содержит этилацетат.

RU 2012147024 A

RU 2012147024 A